

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-50103

(43) 公開日 平成11年(1999) 2月23日

(51) Int.Cl.<sup>5</sup>B 2 2 F 1/00  
9/08

識別記号

F I

B 2 2 F 1/00  
9/08F  
A

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願平9-203308

(22) 出願日 平成9年(1997) 7月29日

(71) 出願人 000001258

川崎製鉄株式会社

兵庫県神戸市中央区北本町通1丁目1番28号

(71) 出願人 000006264

三菱マテリアル株式会社

東京都千代田区大手町1丁目5番1号

(72) 発明者 上ノ國 聡

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内

(74) 代理人 弁理士 小林 英一

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 粉末冶金用鉄粉の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 従来より一層優れた切削性および摺動特性を発揮する焼結体、および合金元素を含有し高強度で焼結後の矯正が可能な切削性および摺動特性に優れた焼結体、の製造が可能な粉末冶金用鉄粉の製造方法を提供する。

【解決手段】 重量%で、S:0.03~0.30%を含み、さらにMn:0.05~0.40%を含有し残留Feおよび不可避的不純物からなるアトマイズ鉄粉に、硼酸( $H_3BO_3$ )、酸化硼素( $B_2O_3$ )、窒化硼素(BN)等のBを含む化合物粉をB換算で0.001~0.3%添加混合し、還元雰囲気中で熱処理する。アトマイズ鉄粉には、Ni、Moを予合金化して添加してもよい。また、Ni、Mo、Cuを含有する粉末を添加混合して、鉄粉表面にNi、Mo、Cuを部分合金化してもよい。

(2)

特開平11-50103

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 S: 0.03~0.30重量%を含む仕上還元処理前のアトマイズ鉄粉に、Bを含む化合物粉1種以上を前記鉄粉と前記Bを含む化合物粉との合計量に対し重量%で、B換算で0.001~0.3%添加し混合したのち、還元雰囲気中で熱処理することを特徴とする粉末冶金用鉄粉の製造方法。

【請求項2】 S: 0.03~0.30重量%を含む仕上還元処理前のアトマイズ鉄粉に、Bを含む化合物粉1種以上を前記鉄粉と前記Bを含む化合物粉との合計量に対し重量%で、B換算で0.001~0.3%添加し混合し、還元雰囲気中で熱処理し、さらに該鉄粉に、Ni粉、Mo粉あるいは $\text{MoO}_3$ 粉およびCu粉のうちから選ばれた1種または2種以上を、該鉄粉とNi粉、Mo粉あるいは $\text{MoO}_3$ 粉、Cu粉のうちから選ばれた1種または2種以上との合計量に対し重量%で、Ni粉: 0.5~7.0%、Mo粉あるいは $\text{MoO}_3$ 粉: Mo換算で0.05~3.5%、Cu粉: 0.5~7.0%の範囲内で添加し混合して、還元雰囲気中で熱処理することを特徴とする粉末冶金用鉄粉の製造方法。

【請求項3】 S: 0.03~0.30重量%を含む仕上還元処理前のアトマイズ鉄粉に、混合粉の合計量に対し重量%で、Bを含む化合物粉1種以上をB換算で0.001~0.3%、Ni粉、Mo粉あるいは $\text{MoO}_3$ 粉およびCu粉のうちから選ばれた1種または2種以上を、Ni粉: 0.5~7.0%、Mo粉あるいは $\text{MoO}_3$ 粉: Mo換算で0.05~3.5%、Cu粉: 0.5~7.0%の範囲内で添加し混合して、還元雰囲気中で熱処理することを特徴とする粉末冶金用鉄粉の製造方法。

【請求項4】 前記アトマイズ鉄粉が、重量%で、S: 0.03~0.30%を含み、さらにMn: 0.05~0.40%を含有し残部Feおよび不可避的不純物からなる鉄粉である請求項1ないし3のいずれかに記載の粉末冶金用鉄粉の製造方法。

【請求項5】 前記アトマイズ鉄粉が、重量%で、S: 0.03~0.30%、Mn: 0.05~0.40%を含み、さらにNi: 0.5~7.0%、Mo: 0.05~6.0%のうちから選ばれた1種または2種を含有し残部Feおよび不可避的不純物からなる鉄粉である請求項1記載の粉末冶金用鉄粉の製造方法。

【請求項6】 前記アトマイズ鉄粉に代えて、前記アトマイズ鉄粉を還元雰囲気中で還元処理した鉄粉を用いる請求項1ないし5のいずれかに記載の粉末冶金用鉄粉の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、粉末冶金用鉄粉に関し、とくに焼結体として優れた切削性、摺動特性を発揮し、またNi、Mo、Cu等を含有する場合でも焼結のままで矯正可能な粉末冶金用鉄粉の製造方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】一般に、粉末冶金は、金属粉を金型内で

加圧して成形体としたのち、焼結して機械部品等を製造する技術である。例えば、金属粉に鉄粉を用いる場合には、鉄粉にCu粉、黒鉛粉等を混合し、成形、焼結を行い、通常 $5.0 \sim 7.2 \text{ g/cm}^3$ 程度の密度を有する焼結体にする。このような粉末冶金法を利用すれば、かなり複雑な形状の機械部品を寸法精度良く製造できる。しかし、さらに寸法精度の厳しい機械部品を製造する場合には、焼結体に、さらに、切削あるいはドリル孔開け等の機械加工を施すことがある。

【0003】また、焼結体は、一般に切削性が劣るので、溶製材（例えば、連続鍛造で製造した鉄片を圧延して得た材料）を切削する場合に比べると、切削に使用する工具の寿命が短くなる。そのため、機械加工時のコストが高くなるという問題が生じる。焼結体の切削性が低い原因は、焼結体に含まれる気孔にある。気孔によって、切削が断続的になったり、あるいは、焼結体の熱伝導率が低下して、切削部の温度が上昇するためである。

【0004】そこで、焼結体の切削性を改善するため、従来は、SやMnSを鉄粉に混合する場合が多かった。これらSやMnSは、切り屑の破断を容易にしたり、あるいは工具すくい面にSやMnSの薄膜を形成し、該薄膜が切削時に潤滑作用を発揮するからである。例えば、特公平3-25481号公報には、Moを0.1~0.5wt%とさらにSi、Cなどを含有する純鉄に、さらにSを0.03~0.07wt%添加した溶鋼を、水または気体でアトマイズして製造する粉末冶金用鉄粉が提案されている。しかしながら、この鉄粉を用いて製造した焼結体の切削性は、従来の鉄粉で製造した焼結体の2倍弱程度しか向上しておらず、より一層の改良が要望されていた。

【0005】また、特開平7-233401号公報、特開平7-233402号公報には、S、Cr、Mnを含むアトマイズ鋼粉が提案されているが、この鋼粉を焼結すると、焼結体の気孔内に黒鉛が残留し、同時にMnSが鉄粒子内に析出し、焼結体の切削性が飛躍的に増加するとされている。なお、この黒鉛の残留は、焼結中に、CrとSが鉄粉粒子内の黒鉛の拡散を抑制するために生ずると考えられている。

【0006】しかしながら、このような鋼粉であっても、焼結時の雰囲気ガス中に $\text{H}_2$ が含まれると、その焼結体の切削性、耐磨耗性が低下するという問題があり、さらなる改良が要望されていた。さらに、特開平8-176604号公報には、B: 0.001~0.03wt%、Cr: 0.02~0.07wt%、Mn: 0.1wt%未満、S、Se、Teの1種以上を合計で0.03~0.15wt%を含有する鉄粉を焼結することにより、一層残留黒鉛量が増加し、切削性が向上することが開示されている。しかしながら、特開平8-176604号公報に開示された技術では、残留する黒鉛量は最高で0.42wt%程度であり、さらに多量の黒鉛量を焼結体中に残留させることができる鉄粉が望まれていた。

【0007】一方、高強度や高疲労特性が要求される自動車部品としてのギヤを粉末冶金法で製造する場合に

(3)

特開平11 50103

は、強度および疲労特性を向上させるために、合金元素を添加する方法が一般的である。例えば、特公昭45-9649号公報では、純鉄粉に合金成分としてNi、Cu、Moなどの粉末を拡散付着させることにより添加している。この製法による鋼粉は圧縮性および焼結体の強度に優れているが、その焼結体の硬度が高いため、焼結後の矯正がほとんど不可能でかつ切削性が悪いという問題があった。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記した従来技術の問題に鑑み、従来より一層優れた切削性および摺動特性を発揮する焼結体、および合金元素を含有し光輝焼入れあるいは浸炭処理後に高強度を有しかつ焼結後の矯正が可能な切削性および摺動特性に優れた焼結体、の製造が可能な粉末冶金用鉄粉の製造方法を提供することを目的とする。

【0009】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、特開平8-176604号公報に記載されたことを参考に、焼結体の切削性および摺動特性をさらに一層向上させるため、鋭意検討した。その結果、Bを含有する鉄粉は、Bの形態分析から、鉄粉中のBのほぼ100%が鉄粉表面にほう酸として偏析しているという知見を得た。そこで、Sを特定量含有するアトマイズのまま鉄粉あるいはSを特定量含有し仕上還元されたアトマイズ鉄粉にほう素を含む化合物粉末を混合後、還元雰囲気中で仕上還元を行って得られた鉄粉に、必要に応じ黒鉛粉末および潤滑剤を添加・混合し、成形、焼結して焼結体を作製したところ、Bを含有する鉄粉と黒鉛粉末および潤滑剤からなる成形体を焼結した場合に比べ、得られた焼結体中の遊離黒鉛量が増加するという新しい知見を得た。また、遊離黒鉛量が1wt%を超えると摺動特性が格段に向上するという知見も得ている。

【0010】本発明は、上記した知見に基づいて構成されたものである。すなわち、本発明は、S:0.03~0.30重量%を含む仕上還元処理前のアトマイズ鉄粉に、Bを含む化合物粉1種以上を前記鉄粉と前記Bを含む化合物粉との合計量に対し重量%で、B換算で0.001~0.3%添加し混合したのち、還元雰囲気中で熱処理することを特徴とする粉末冶金用鉄粉の製造方法である。

【0011】また、本発明は、S:0.03~0.30重量%を含む仕上還元処理前のアトマイズ鉄粉に、Bを含む化合物粉1種以上を前記鉄粉と前記Bを含む化合物粉との合計量に対し重量%で、B換算で0.001~0.3%添加し混合し、還元雰囲気中で熱処理し、さらに該鉄粉に、Ni粉、Mo粉あるいは $\text{MoO}_3$ 粉およびCu粉のうちから選ばれた1種または2種以上を、該鉄粉とNi粉、Mo粉あるいは $\text{MoO}_3$ 粉、Cu粉のうちから選ばれた1種または2種以上との合計量に対し重量%で、Ni粉:0.5~7.0%、Mo粉あるいは $\text{MoO}_3$ 粉:Mo換算で0.05~3.5%、Cu粉:0.5~7.0%の範囲内で添加し混合して、還元雰囲気中で熱処理す

ることを特徴とする粉末冶金用鉄粉の製造方法である。

【0012】また、本発明は、S:0.03~0.30重量%を含む仕上還元処理前のアトマイズ鉄粉に、混合粉の合計量に対し重量%で、Bを含む化合物粉1種以上をB換算で0.001~0.3%、Ni粉、Mo粉あるいは $\text{MoO}_3$ 粉およびCu粉のうちから選ばれた1種または2種以上を、Ni粉:0.5~7.0%、Mo粉あるいは $\text{MoO}_3$ 粉:Mo換算で0.05~3.5%、Cu粉:0.5~7.0%の範囲内で添加し混合して、還元雰囲気中で熱処理することを特徴とする粉末冶金用鉄粉の製造方法である。

【0013】また、本発明では、前記仕上還元処理前のアトマイズ鉄粉を、重量%で、S:0.03~0.30%を含み、さらにMn:0.05~0.40%を含有し残留Feおよび不可避的不純物からなる鉄粉としても、また、重量%で、S:0.03~0.30%、Mn:0.05~0.40%を含み、さらにNi:0.5~7.0%、Mo:0.05~6.0%のうちから選ばれた1種または2種を含有し残留Feおよび不可避的不純物からなる鉄粉としてもよい。

【0014】また、本発明では、前記仕上還元処理前のアトマイズ鉄粉に代えて、前記仕上還元処理前のアトマイズ鉄粉を還元雰囲気中で還元処理した鉄粉を用いてもよい。

【0015】

【発明の実施の形態】本発明では、Sを含有した仕上還元処理前のアトマイズ鉄粉、あるいはSを含有した仕上還元処理前のアトマイズ鉄粉を還元処理した鉄粉に、Bを含む化合物粉を添加し混合したのち、還元雰囲気中で熱処理する。このようにして得られた鉄粉は、その表面にほう酸、あるいはBを含む化合物と鉄粉表面の酸化鉄が反応して形成されるFe-B化合物が偏析していると思われる。

【0016】本発明方法により製造された鉄粉は、さらに黒鉛粉、または黒鉛粉および潤滑剤と必要に応じ銅粉とを混合して、焼結体を作製する。本発明方法により製造された鉄粉を用いた焼結体では、正確なメカニズムは不明であるが、鉄粉中のS、あるいは鉄粉中に存在するMnS、FeS等の介在物中のSと、Bを含む化合物中に含まれるBとの相互作用により遊離黒鉛が生成しやすくなると考えられる。これは、S含有量の低い純鉄粉(S=0.02wt.%程度)と、Bを含む化合物と混合して焼結体を作製しても焼結体中に遊離黒鉛の生成は認められないことから推察できる。鉄粉中のSあるいはさらにMn含有量を本発明の範囲に限定すれば、鉄粉にNi、Cu、Mo等を部分合金化により、あるいはNi、Moを予合金化により添加しても、遊離黒鉛が生成しやすくなる効果は変わらない。この遊離黒鉛が、焼結体の切削性を向上させ、さらに、遊離黒鉛の自己潤滑作用で焼結体の摺動特性をも向上させる。

【0017】さらに、光輝焼入れ、浸炭熱処理後は遊離黒鉛が一部鉄粒子内に内包溶しベイナイト、マルテンサ

(4)

特開平11 50103

イトを主体とする組織となり高強度が得られる、つぎに、本発明の限定理由を説明する。

鉄粉中のS含有量：0.03～0.30%

Sは、焼結体内の遊離黒鉛量を増加させる効果を有している。S含有量が0.03%未満では残留黒鉛量の増加効果が認められない。一方、0.30%を超えると、焼結時に「すす」を発生し、製品である機械部品が錆やすくなる。このため、鉄粉中のS含有量は重量%で、0.03～0.30%に限定した。

【0018】鉄粉は、重量%で、S：0.03～0.30%を含み、さらにMn：0.05～0.40%を含有し残留Feおよび不可避的不純物からなるアトマイズ鉄粉とするのが好ましい。

鉄粉中のMn含有量：0.05～0.40%

Mnは、焼結体内の遊離黒鉛量を減少させる元素である。このため、予合金で含まれる鉄粉中のMnを0.40%を超えて含有させると、焼結体内の遊離黒鉛量が少なくなり、焼結体の切削性、摺動特性が低下する。また、Mnはできるだけ低減するのが望ましいが、溶鋼成分の調整段階でMn量の低減のために要する精錬コストと焼結体の切削性の兼ね合いからMnの下限は0.05%とする。なお、好ましい範囲は0.07～0.15%である。

【0019】さらに、必要に応じ、アトマイズ鉄粉中には、Ni：0.5～7.0%、およびMo：0.05～6.0%の中から選ばれた1種または2種を添加してもよい。Ni、Moは、焼結体の強度を高めるために予合金化して添加してもよい。Niが0.5%未満、Moが0.05%未満では、焼結体の強度の向上が認められない。また、Niが7.0%、Moが6.0%を超えると焼結体の切削性が急激に低下するとともに、矯正が困難となるため、予合金添加する場合には、Niは0.5～7.0%、Moは0.05～6.0%の範囲に限定した。

【0020】アトマイズ鉄粉は、上記した範囲の所定の組成に調整した溶鋼を高圧水で噴霧した牛粉を乾燥し、あるいはさらに還元処理を施し、粉砕分級して製造される。乾燥、還元処理は通常の条件でよく、とくに限定しない。上記した組成の仕上還元処理前のアトマイズ鉄粉あるいは上記した組成のアトマイズのまま鉄粉に還元処理を施した鉄粉に、Bを含む化合物粉を鉄粉とBを含む化合物粉との合計量に対し重量%で、B換算で0.001～0.3%添加し混合し、還元雰囲気中で熱処理し還元する。

【0021】Bを含む化合物粉の配合量：B換算で0.001～0.3%

Bを含む化合物粉の配合量は、鉄粉とBを含む化合物粉との合計量に対する重量%で、B換算で0.001～0.3%とする。Bを含む化合物粉としては、Bの酸化物、Bの窒化物、ほう酸塩等が好適である。なかでも、 $B_2O_3$ 、 $H_3BO_3$ 、ほう酸アンモニウム、六方晶BNが好ましい。これらBを含む化合物粉を1種以上混合して配合するのが好

ましい。

【0022】Bを含む化合物粉を1種以上B換算で0.001%以上配合すると、焼結体中の遊離黒鉛量の増加が著しくなり、焼結体の切削性、摺動特性が一段と向上する。一方、Bを含む化合物粉の配合量が、B換算で、0.3%を超えると圧縮性が低下する。このため、配合するBを含む化合物粉量はB換算で0.001～0.3%の範囲に限定した。

【0023】また、本発明では、上記した組成のアトマイズ鉄粉にBを含む化合物粉を添加し混合し、還元雰囲気中で熱処理した鉄粉としての、必要に応じNi粉、Mo粉あるいは $MoO_3$ 粉およびCu粉のうちから選ばれた1種または2種以上を、前記鉄粉とNi粉、Mo粉あるいは $MoO_3$ 粉、Cu粉のうちから選ばれた1種または2種以上との合計量に対し重量%で、Ni粉：0.5～7.0%、Mo粉あるいは $MoO_3$ 粉：B換算で0.05～3.5%、Cu粉：0.5～7.0%の範囲内で添加し混合して、還元雰囲気中で熱処理し、Ni、Mo、Cuを拡散付着させて部分合金化してもよい。

【0024】また、本発明では、上記した組成のアトマイズ鉄粉に、Bを含む化合物粉1種以上、およびNi粉、Mo粉あるいは $MoO_3$ 粉、Cu粉のうちから選ばれた1種または2種以上を添加し混合し、還元雰囲気中で熱処理してNi、Mo、Cuを拡散付着させて部分合金化した鉄粉としてもよい。Ni、Cu、Moは、焼結体の強度を高めるために添加するが、各元素が下限未満では、焼結体の強度向上が認められず、上限を超えると焼結体の切削性が急激に低下するとともに、焼結体の矯正が困難となる。

【0025】本発明の製造方法で製造した鉄粉に、黒鉛粉、必要に応じ、銅粉、潤滑剤を所定量配合添加し混合した後、所定の圧粉密度となるように加圧成形し成形体とし、焼結して焼結体を製造するのが好ましい。

黒鉛粉の配合量：0.5～3.0%

黒鉛粉の配合量は、鉄粉、黒鉛粉および必要に応じ添加される銅粉との合計量に対する重量%で、0.5～3.0%が好ましい。

【0026】黒鉛粉末は摺動特性と切削性向上のために焼結後気孔に黒鉛を残留させる黒鉛源として、また鉄中に溶解せしめさらに強度を高めるために添加する。0.5%未満では、摺動特性と強度が低下し、一方、3.0%を超えるとバーライト比率が増加し切削性が低下する。

銅粉の配合量：4%以下

銅粉（Cu粉）の配合量は、鉄粉、黒鉛粉および銅粉との合計量に対する重量%で、4%以下とするのが好ましい。

【0027】Cu粉は、切削性を低下させないで強度を高めるために必要に応じ添加する。4%を超えると切削性が低下する。ついで、上記した鉄粉、黒鉛粉と、必要に応じ添加する銅粉との合計量100重量部に対し、好ましくは潤滑剤2.0重量部以下を加え、Vブレンダ等の通常

(5)

特開平11 50103

の方法で1度に混合するのが好ましい。

【0028】潤滑剤としてはステアリン酸亜鉛、オレイン酸、ステアリン酸アミドとエチレンビスマスステアリン酸アミドの混合物、ステアリン酸リチウム等が好適である。混合後、所定の圧粉密度となるように加圧成形し成形体とし、焼結して焼結体を製造するのが好ましい。

【0029】

【実施例】

(実施例1) 表1に示すS、Mnを含有し残留Feおよび不可避的不純物からなる組成のアトマイズ鉄粉を製造した。まず、所定組成に調整した溶鋼(1630℃)を、水でアトマイズし、アトマイズ鉄粉とした。この鉄粉を窒素雰囲気中で140℃×60minの乾燥を行ってから、このアトマイズのままの鉄粉に表1に示すBを含む化合物粉を混合して、純水素雰囲気中で930℃×20minの還元処理を施した。冷却後、還元炉から取り出し、粉碎、分級した。

【0030】これら鉄粉に、鉄粉と黒鉛粉とCu粉の合計

量に対し、黒鉛粉1.5重量%、Cu粉2.0重量%混合し、さらにこの混合粉100重量部に対し、潤滑剤をステアリン酸亜鉛1重量部を加えたのち、密度6.85g/cm<sup>3</sup>になるよう加圧して、円柱状の成形体とした。その成形体を、水素10体積%を含む窒素雰囲気中で1130℃×20minの焼結処理により得た焼結体を用いて評価した。

【0031】得られた焼結体内の遊離黒鉛量は、焼結体の1部(試料)を硝酸で溶解し、残渣をガラスフィルタでろ過して得た溶液から、赤外線吸収法で求めた。また、切削性は、外径60mmφ、高さ10mmの円柱状の焼結体を用い、直径2mmφのハイス製ドリルを、10000rpm、0.012mm/revの条件で回転させ、試験片に多数の孔を開け、ドリルが穿孔不能になるまでに開けた孔の平均個数(ドリル3本の平均値)を求め、その数値で評価した。その数値が大きいほど切削性がよいとした。

【0032】これらの結果を表1に示す。

【0033】

【表1】

(6)

特開平11-50103

焼結体 No.	アトマイズ鉄粉組成 (wt%)				添加B化合物粉 (B換算) (wt%)				還元熱処理後の鉄粉組成 (wt%)				成形体		焼結体		備考
	S	Mn	H <sub>3</sub> BO <sub>3</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ほう酸 アモニウム	BN	S	Mn	B	圧縮性	遊離黒鉛量	wt%	遊離黒鉛量	wt%	工具寿命	個	
1	0.25	0.08	—	0.05	—	0.01	0.23	0.08	0.06	6.84	0.45	0.45	6.84	0.45	320		本発明例
2	0.07	0.12	0.12	—	—	—	0.06	0.12	0.12	6.84	1.10	1.10	6.84	1.10	500		本発明例
3	0.10	0.25	0.20	—	—	—	0.09	0.25	0.19	6.84	1.25	1.25	6.84	1.25	520		本発明例
4	0.06	0.15	—	—	0.39	—	0.05	0.15	0.09	6.83	1.00	1.00	6.83	1.00	475		本発明例
5	0.07	0.12	—	—	—	—	0.06	0.12	—	6.85	0.02	0.02	6.85	0.02	10		比較例
6	0.15	0.10	0.42	—	—	—	0.13	0.10	0.41	6.68	1.05	1.05	6.68	1.05	500		比較例
7	0.01	0.12	—	—	0.10	—	0.01	0.12	0.10	6.83	0.02	0.02	6.83	0.02	78		比較例
8	0.09	0.45	—	0.12	—	—	0.08	0.45	0.12	6.84	0.11	0.11	6.84	0.11	45		比較例

【0034】表1より、本発明の粉末冶金用鉄粉で製造した焼結体 (No.1~No.4) は、遊離黒鉛量が0.45wt%以上であり、切削性の指数である工具寿命も320 個以上と切削性が大幅に向上した。これに対し、Bを含む化合物粉の配合量が本発明範囲を超える焼結体No.6では、切削性の劣化は少ないが圧縮性が低下している。また、Bを含む化合物粉の配合がない焼結体No.5、S量が低い焼結体No.7、Mn量が高い焼結体No.8では、遊離黒鉛量が少なく切削性が低下している。

(実施例2) 表2に示すS、Mn、Ni、Moを含有するアトマイズ鉄粉を製造した。

【0035】まず、所定組成に調整した溶鋼 (溶鋼温度: 1630℃) を、水でアトマイズし、アトマイズ合金鋼粉とした。この鉄粉を酸素雰囲気中で140℃×60min の

乾燥を行ってから、このアトマイズのままの鋼粉に表2に示すBを含む化合物粉を混合して、純酸素雰囲気中で930℃×20min の還元処理を施した。冷却後、還元がから取り出し、粉砕、分級した。

【0036】これら鋼粉に、鋼粉と黒鉛粉の合計量に対し、黒鉛粉1.5重量%を混合し、さらにこの混合粉100重量部に対し、潤滑剤をステアリン酸亜鉛1重量部を加えたのち、密度7.0g/cm<sup>3</sup>になるよう加圧して、円柱状の成形体とした。その成形体を、酸素10体積%を含む酸素雰囲気中で1250℃×60min の焼結処理により得た焼結体を用いて、切削性の評価および矯正の可能性を評価した。

【0037】また、焼結体をカーボンポテンシャル0.8%の雰囲気中で、850℃×30min 加熱後、160℃の油中

(7)

特開平11-50103

に光輝焼入れして、引張強さを測定した。得られた焼結体内の遊離黒鉛量は、実施例1と同様な方法で求めた。また、切削性は、外径60mmφ、高さ10mmの円柱状の焼結体を用い、直径1mmφのハイス製ドリルを、10000rpm、0.012mm/revの条件で回転させ、試験片に多数の孔を開け、ドリルが穿孔不能になるまでに開けた孔の平均個数（ドリル3本の平均値）を求め、その数値で評価した。

その数値が大きいほど切削性がよいとした。

【0038】また、矯正の可能性は、焼結後の材料を5 $\text{t/cm}^3$ でプレスし変形したものを可、変形の小さいものを否とした。これらの結果をまとめて表2に示す。

【0039】

【表2】

焼結体 No	7%以下のまま鉄粉組成 (wt%)				添加B化合物 (B換算) (wt%)				還元熱処理後の鉄粉組成 (wt%)						成形体		焼結体				備考
	S	Mn	Ni	Mo	HfBO <sub>3</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ほう酸	BN	S	Mn	Ni	Mo	B	圧縮性	遊離黒鉛量	切削性	矯正可否	熱処理材料			
2-1	0.09	0.12	2.00	1.00	-	0.15	-	0.02	0.08	0.12	2.01	0.85	0.16	6.80	1.25	180	可	1000	本発明例		
2-2	0.25	0.25	2.00	0.50	0.05	-	-	-	0.23	0.25	1.95	0.50	0.05	6.75	0.55	170	可	950			
2-3	0.08	0.08	-	0.50	0.08	-	-	-	0.07	0.08	-	0.48	0.07	6.90	0.80	170	可	810			
2-4	0.10	0.08	-	2.00	0.10	-	-	0.05	0.08	0.09	-	1.95	0.15	6.85	1.10	185	可	830			
2-5	0.14	0.11	-	5.00	-	-	0.22	-	0.12	0.11	-	4.85	0.21	6.80	1.23	200	可	860			
2-6	0.08	0.12	2.00	0.50	-	-	-	-	0.06	0.13	1.95	0.45	-	6.75	0.01	2	否	980		比較例	
2-7	0.11	0.08	1.50	1.00	0.35	-	-	-	0.10	0.07	1.50	1.00	0.34	6.60	1.30	80	可	980			
2-8	0.02	0.10	2.00	0.50	0.25	-	-	-	0.02	0.10	1.97	0.48	0.23	6.80	3.04	5	否	980			
2-9	0.15	0.45	2.00	1.00	-	-	0.20	-	0.13	0.42	1.96	0.95	0.18	6.75	0.06	12	否	1020			
2-10	0.07	0.12	2.00	-	-	0.18	-	-	0.05	0.08	7.90	-	0.18	6.70	1.00	25	否	1050			
2-11	0.09	0.08	-	6.50	0.05	-	-	-	0.07	0.09	-	6.45	0.05	6.70	0.55	20	否	950			

【0040】表2より、本発明の粉末冶金用鉄粉で製造した焼結体（No.2-1～No.2-5）は、遊離黒鉛量が0.55%以上あり、切削性の指数である工具寿命も170個以上

と、切削性が大幅に向上した。また、Ni、Moの添加で光輝焼入れ後の引張強さも810～1000MPaと高強度を示している。また、焼結のままでも矯正が可能である。これ

(8)

特開平11-50103

に対し、Bを含む化合物粉の配合量が本発明範囲を超える焼結体No.2-7では、切削性の劣化は少ないが圧粉性が低下している。また、Bを含む化合物粉の配合がない焼結体No.2-6、S量が高い焼結体No.2-8、Mn量が高い焼結体No.2-9では、遊離黒鉛量が少なく切削性が低下し、矯正が不可能であった。また、合金添加量が多い焼結体No.2-10、No.2-11は切削性が低下し、矯正が不可能となった。

(実施例3)表3に示すS、Mnを含有し残留Feおよび不可避的不純物からなる組成のアトマイズ鉄粉を実施例1と同様に製造した。

【0041】まず、所定組成に調整した溶鋼(1630℃)を、水でアトマイズし、アトマイズ鉄粉とした。この鉄粉を酸素雰囲気中で140℃×60minの乾燥を行ってから、このアトマイズのままの鉄粉に表3に示すBを含む化合物粉を混合して、純水素雰囲気中で930℃×20minの還元処理を施した。冷却後、還元炉から取り出し、粉碎、分級した。

【0042】これら鉄粉に、カルボニルNi粉末、MoU<sub>3</sub>粉

末、Cu粉末を所定量混合し、水素ガス中で875℃×60min熱処理し、Ni、Mo、Cuを拡散部分合金化した。冷却後、粉碎、分級した。表3に拡散部分合金化前後の鉄粉中のB量および拡散合金量をまとめて示す。これら鋼粉に、鋼粉と黒鉛粉の合計量に対し、黒鉛粉1.5重量%を混合し、さらにこの混合粉100重量部に対し、潤滑剤をステアリン酸亜鉛1重量部を加えたのち、密度7.0g/cm<sup>3</sup>になるように加圧して、円柱状の成形体とした。その成形体を、水素10体積%を含む酸素雰囲気中で1250℃×60minの焼結処理により得た焼結体を用いて、切削性の評価および矯正の可能性を評価した。

【0043】また、焼結体をカーボンポテンシャル0.8%の雰囲気中で、850℃×30min加熱後、160℃の油中に光輝焼入れして、引張強さを測定した。これらの結果をまとめて表3に示す。評価方法は実施例2と同様に行った。

【0044】

【表3】



(9)

特開平11 50103

焼結体No	7マス 鉄組成 (wt%)		添加B化合物 (B換算) (wt%)					部分合金元素 添加量 (wt%)					部分合金化後の焼結組成 (wt%)							成形体		焼結体			備考	本発明例
	S	Mn	H <sub>2</sub> SiO <sub>3</sub>	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ほう酸 75%以上	BN	Ni	Cu	Mo*	S	Mn	B	Ni	Cu	Mo	圧縮性 kg/cm <sup>2</sup>	遊離 黒鉛 量 wt%	切削性 工具 寿命 個	矯正 可否	熱処理 制限 強度 MPa						
3-1	0.08	0.08	0.12	-	-	0.02	4.00	1.50	1.50	0.05	0.08	0.14	3.95	1.45	1.46	6.90	1.20	250	可	920						
3-2	0.12	0.10	-	-	0.18	-	4.00	1.50	0.50	0.10	0.10	0.15	4.00	1.45	0.45	6.89	1.25	250	可	900						
3-3	0.10	0.06	0.11	-	-	-	5.00	2.00	0.50	0.08	0.08	0.10	4.96	1.98	0.49	6.91	1.15	270	可	960						
3-4	0.25	0.10	0.20	-	-	-	2.00	-	2.00	0.24	0.09	0.19	1.95	-	1.98	6.87	1.25	260	可	900						
3-5	0.15	0.15	0.08	-	-	0.04	2.00	-	1.00	0.14	0.14	0.12	2.00	-	1.00	6.88	1.00	281	可	880						
3-6	0.08	0.07	-	0.02	-	-	-	4.00	-	0.07	0.07	0.02	-	3.95	-	6.90	0.65	280	可	720						
3-7	0.06	0.18	0.10	-	-	-	-	-	1.50	0.04	0.17	0.09	-	-	1.44	6.90	1.12	280	可	800						
3-8	0.08	0.10	-	-	-	-	4.00	0.50	1.50	0.06	0.10	-	4.00	0.50	1.50	6.90	0.02	1	否	900	比較例					
3-9	0.10	0.12	0.35	-	-	-	4.00	0.50	1.50	0.08	0.12	0.34	3.96	0.45	1.48	6.65	1.30	250	可	800						
3-10	0.01	0.08	0.08	-	-	-	4.00	0.50	1.50	0.01	0.08	0.08	4.00	0.50	1.50	6.88	0.02	3	否	920						
3-11	0.11	0.50	0.06	-	-	-	4.00	0.50	1.50	0.10	0.50	0.06	4.00	0.50	1.50	6.89	0.08	12	否	860						
3-12	0.06	0.06	-	-	0.12	-	8.00	0.50	1.50	0.06	0.05	0.11	7.96	0.49	1.48	6.86	0.80	33	否	1060						
3-13	0.15	0.08	0.10	-	-	-	-	8.00	-	0.14	0.07	0.09	-	7.98	-	6.85	0.70	20	否	820						
3-14	0.18	0.06	0.20	-	-	-	2.00	-	5.00	0.16	0.05	0.19	1.98	-	4.98	6.88	0.65	28	否	960						

\*: 換算

【0045】表3より、本発明の粉末冶金用鉄粉（部分合金鋼粉）で製造した焼結体（No. 3-1～No. 3-7）は、遊離黒鉛量が0.65%以上あり、切削性の指数である工具寿命も250個以上と、切削性が大幅に向上した。また、Ni、Mo、Cuの部分合金化で光輝焼入れ後の引張強さも720～960MPaと高強度を示している。また、焼結のままで矯正が可能である。これに対し、Bを含む化合物の配合

量が本発明範囲を超える焼結体No. 3-9では、切削性の劣化は少ないが引張性が低下している。また、Bを含む化合物の配合がない焼結体No. 3-8、S量が低い焼結体No. 3-10、Mn量が高い焼結体No. 3-11では、遊離黒鉛量が少なく切削性が著しく低下し、矯正が不可能となった。また、部分合金化量が多い焼結体No. 3-12、No. 3-13、No. 3-14は切削性が低下し、矯正が不可能となった。

(10)

特開平11-50103

(実施例1) 表4に示すS、Mnを含有したアトマイズ鉄粉を製造した。

【0046】まず、所定組成に調整した溶鋼を、水でアトマイズし、乾燥、解砕後粉末とし、窒素雰囲気中で140℃×60minの乾燥を行ってからのアトマイズのままの鉄粉に、Bを含む化合物粉1種以上および、カルボニルNi粉末、Mo<sub>2</sub>粉末、Cu粉末から選ばれた1種以上を表4に示す組成となる割合で混合し、水素ガス中で875℃×60min熱処理し、Ni、Mo、Cuを鉄粉表面に拡散付着させた部分合金化し合金鋼粉とした。冷却後、仕上還元炉から取り出し、粉砕、分級した。表4に拡散部分合金化前後の鉄粉の組成、Bを含む化合物の配合量(B換算%で示す)および拡散合金量(MoはMo換算%で示す)をま

とめて示す。

【0047】これら合金鋼粉に、実施例2と同様に果鉛粉および潤滑剤を混合し、加圧成形し成形体とした。その成形体を、水素10体積%を含む窒素雰囲気中で1250℃×60minの焼結処理により得た焼結体を用いて、切削性の評価および矯正の可能性を評価した。また、焼結体をカーボンポテンシャル0.8%の雰囲気中で、850℃×30min加熱後、160℃の油中に光輝焼入れして、引張強さを測定した。

【0048】これらの結果をまとめて表4に示す。評価方法は実施例2と同様に行った。

【0049】

【表4】

(11)

特開平11-50103

焼結体 No	Ti-Fe 鉄粉 組成 (wt%)		添加B化合物粉 (B換算) (wt%)				添加合金元素 添加量 (wt%)				部分合金化後の組成 (wt%)							成形体 圧縮性 kg/cm <sup>2</sup>	焼結体			熱処 理材 引張 強さ MPa	備 考
	S	Mn	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	ほう酸 75-100	BN	Ni粉	Cu粉	K <sub>2</sub> O 粉	S	Mn	B	Ni	Cu	Mn	遊離 黒鉛 量 wt%	切削性 工具寿 命 個	矯正 可否						
4-1	0.10	0.08	0.12	-	0.02	4.00	1.50	1.50	0.08	0.08	0.13	4.00	1.50	1.50	1.50	1.20	280	可	930	本発明例			
4-2	0.13	0.10	-	0.09	-	4.00	1.50	1.50	0.12	0.10	0.09	4.00	1.50	1.50	1.00	250	可	920					
4-3	0.10	0.06	0.03	-	0.02	5.00	2.00	0.50	0.08	0.06	0.04	5.00	2.00	0.50	0.50	250	可	940					
4-4	0.05	0.10	0.09	-	-	2.00	-	2.00	0.06	0.10	0.09	2.00	-	2.00	1.00	285	可	900					
4-5	0.15	0.15	0.15	-	-	2.00	-	1.00	0.13	0.15	0.14	2.00	-	1.00	1.25	280	可	875	比較例				
4-6	0.23	0.07	0.25	-	-	-	4.00	-	0.20	0.07	0.24	-	4.00	-	1.25	280	可	715					
4-7	0.06	0.18	-	0.10	-	-	-	1.50	0.36	0.13	0.10	-	-	1.50	1.10	280	可	800					
4-8	0.10	0.08	-	-	-	4.00	0.50	1.50	0.08	0.08	-	4.00	0.50	1.50	0.02	2	否	910					
4-9	0.15	0.15	0.40	-	-	4.00	0.50	1.50	0.13	0.15	0.40	4.00	0.50	1.50	1.25	45	可	820					
4-10	0.01	0.10	0.08	-	-	4.00	0.50	1.50	0.01	0.10	0.08	4.00	0.50	1.50	0.02	5	否	900					
4-11	0.08	0.50	0.09	-	-	4.00	0.50	1.50	0.08	0.50	0.09	4.00	0.50	1.50	0.06	10	否	850					
4-12	0.08	0.07	-	0.12	-	8.00	0.50	1.50	0.06	0.07	0.11	8.00	0.50	1.50	0.60	35	否	1000					
4-13	0.25	0.10	-	0.06	-	-	8.00	-	0.23	0.10	0.05	-	8.00	-	0.74	25	否	800					
4-14	0.12	0.08	0.15	-	-	2.00	-	5.00	0.10	0.08	0.14	2.00	-	5.00	0.60	30	否	920					

\*: 重量部

【0050】表4より、本発明の粉末冶金用鉄粉（部分合金鋼粉）で製造した焼結体（No. 4-1～No. 4-7）は、遊離黒鉛量が0.50%以上あり、切削性の指数である工具寿命も260個以上と、切削性が大幅に向上した。また、Ni、Mn、Cuの部分合金化で光輝焼入れ後の引張強さも715～940MPaと高強度を示している。また、焼結のままで矯正が可能である。これに対し、Bを含む化合物の配合量が本発明範囲を超える焼結体No. 4-9では、切削性の劣

化は少ないが圧縮性が低下している。また、Bを含む化合物の配合がない焼結体No. 4-8、S量が高い焼結体No. 4-10、Mn量が高い焼結体No. 4-11では、遊離黒鉛量が少なく切削性が著しく低下し、矯正が不可能となった。また、部分合金化量が多い焼結体No. 4-12、No. 4-13、No. 4-14は切削性が低下し、矯正が不可能となった。

（実施例5）本発明範囲の製造方法で製作した焼結体No. 0.2-1、No. 3-1、No. 3-2、No. 4-1、No. 4-5および本発明

(12)

特開平11-50103

錠面を外れる製造方法で製作した焼結体No.3-8、No.3-10、No.4-11について、摺動特性を評価した。摺動特性は、上記した焼結体から、内径10mmφ×外径20mmφ×高さ8mmの14号状試験体を製作し、その円筒内に直径10mmφのS45C製シャフトを孔壁とのクリアランス20μmで挿入した。そして、乾燥条件下で、シャフトを周速100m/minで回転させて、接触荷重を低荷重から段階的に増加させる方法で耐摩耗性試験を行い、シャフトと円筒内壁とが焼付いたときの接触荷重をその焼結体の摺動特性とした。焼付いたときの接触荷重が大きいほど摺動特性が良好とした。

【0051】

【表5】

焼結体 No	焼結体		備 考
	遊離黒鉛量 wt%	摺動特性 kgf/mm <sup>2</sup>	
2-1	1.25	6.0	本発明例
3-1	1.20	6.0	本発明例
3-2	1.25	5.0	本発明例
4-1	1.20	6.0	本発明例
4-5	1.25	6.0	本発明例
3-8	0.02	0.2	比較例
3-10	0.02	0.1	比較例
4-11	0.06	0.2	比較例

【0052】本発明の方法で製造した焼結体（No.2-1、No.3-1、No.3-2、No.4-1、No.4-5）は、遊離黒鉛量が1%以上であり、焼付くときの接触荷重は5kgf/mm<sup>2</sup>以上と高い摺動特性を有している。このように、遊離黒鉛量が1%以上となると、摺動特性が格段に向上する。これに対し、Bを含む化合物の配合がない焼結体No.3-8、S量が低い焼結体No.3-10、Mn量が高い焼結体No.4-11では、遊離黒鉛量が少なく、焼付くときの接触荷重は0.2kgf/mm<sup>2</sup>以下と摺動特性が低下している。

【0053】

【発明の効果】本発明によれば、焼結体の切削性、摺動特性が従来の方法を用いて製造された焼結体に比べ良くなる。また、本発明による焼結体から機械部品を製造すれば、機械部品の矯正が可能で、その寿命も延び、産業上、非常に有用である。

フロントページの続き

(72)発明者 小倉 邦明

千葉県千葉市中央区川崎町1番地 川崎製鉄株式会社技術研究所内

(72)発明者 湯 積彬

新潟県新潟市小金町3-1 三菱マテリアル株式会社内